

PETUNJUK PRAKTIKUM DASAR

TEKNIK KIMIA II

PP/TK/PDTKII/3/5

Penulis

Dra. Siti Salamah, M.Si
Imam Santoso , S.T.,M.T.
Gita Indah Budiarti, S.T.,M.T.

Diterbitkan oleh



Sanksi Pelanggaran Pasal 113 Undang-Undang Nomor 28 Tahun 2014 Tentang Hak Cipta

1. Setiap orang yang dengan tanpa hak melakukan pelanggaran hak ekonomi sebagaimana dimaksud dalam Pasal 9 ayat (1) huruf i untuk penggunaan secara komersial dipidana dengan pidana penjara paling lama 1 (satu) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp100.000.000 (seratus juta rupiah).
2. Setiap orang yang dengan tanpa hak dan/atau tanpa izin Pencipta atau pemegang Hak Cipta melakukan pelanggaran hak ekonomi Pencipta sebagaimana dimaksud dalam Pasal 9 ayat (1) huruf c, huruf d, huruf f, dan/atau huruf h untuk penggunaan secara komersial dipidana dengan pidana penjara paling lama 3 (tiga) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp500.000.000,00 (lima ratus juta rupiah)
3. Setiap orang yang dengan tanpa hak dan/atau tanpa izin Pencipta atau pemegang Hak Cipta melakukan pelanggaran hak ekonomi Pencipta sebagaimana dimaksud dalam Pasal 9 ayat (1) huruf a, huruf b, huruf e, dan/atau huruf g untuk penggunaan secara komersial dipidana dengan pidana penjara paling lama 4 (empat) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp1.000.000.000,00 (satu miliar rupiah).
4. Setiap orang yang memenuhi unsur sebagaimana dimaksud pada ayat (3) yang dilakukan dalam bentuk pembajakan, dipidana dengan pidana penjara paling lama 10 (sepuluh) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp. 4.000.000.000,00 (empat miliar rupiah).

PETUNJUK PRAKTIKUM DASAR

TEKNIK KIMIA II

PP/TK/PDTKII/3/5

Penulis

Dra. Siti Salamah, M.Si

Imam Santoso, S.T.,M.T.

Gita Mulah Budiarti, S.T.,M.T.

Diterbitkan oleh



Petunjuk Praktikum Dasar Teknik Kimia II
Copyright © Dra. Siti Salamah, M.Si, Imam Santoso, S.T., M.T. dan
Gita Indah Budiarti, S.T., M.T.

ISBN: 978-979-3812-88-5
14,8 x 21 cm, xii + 32 hlm
Cetakan Pertama, Agustus, 2018

Penulis:

Dra. Siti Salamah, M.Si
Imam Santoso, S.T., M.T.
Gita Indah Budiarti, S.T., M.T.

Pra Cetak: Hatib Rahmawan
Lay Out: Awan Ridwa
Cover: Hafidz Irfan

Diterbitkan oleh:

UAD PRESS

Alamat Penerbit:

Jl. Kapas No. 9 Semaki Yogyakarta
Telp. (0274) 563515 Fax. (0274) 564604

All right reserved. Semua hak cipta © dilindungi undang-undang. Tidak di-perkenankan memproduksi ulang, atau mengubah dalam bentuk apapun melalui cara elektronik, mekanis, fotocopy, atau rekaman sebagian atau seluruh buku ini tanpa ijin tertulis dari pemilik hak cipta.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kami panjatkan ke hadirat Allah, SWT. Yang telah melimpahkan Rahmat dan Karuniah-Nya sehingga penyusunan buku Petunjuk Praktikum Dasar Teknik Kimia II ini dapat diselesaikan.

Buku petunjuk ini secara khusus digunakan pada kegiatan praktikum Dasar Teknik Kimia II (PDTK II) mahasiswa semester III Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri UAD , sebagai implementasi kurikulum terbaru (Kurikulum 2016). Dalam Kurikulum tersebut, praktikum diselenggarakan pada semester III dengan bobot 2 SKS. Praktikum berlangsung di laboratorium proses PRODI Teknik Kimia UAD. Dalam penyusunan petunjuk PDTK II materi disesuaikan dengan SML Praktikum (Standar Minimum Laboratorium Teknik Kimia) Dep. Pendidikan Nasional DIKTI tahun 2006. Buku ini bertujuan agar Praktikum Dasar Teknik Kimia II memiliki kompetensi yang tinggi terhadap Program Studi. Mahasiswa juga dapat mengaplikasikan pengetahuan yang dasar teorinya sudah didapat sebelumnya dan mahasiswa mendapatkan bekal yang memadai dalam mempersiapkan praktikum selanjutnya.

Tidak lupa dihaturkan terimakasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan buku ini, semoga bermanfa'at bagi semua pihak yang terlibat dalam kegiatan PDTK II ini. Ahirnya kritik dan saran yang membangun selalu kami harapkan untuk penyempurnaan buku petunjuk PDTK II ini

Yogyakarta, Agustus 2018

Tim penyusun

TATA TERTIB PRAKTIKUM

1. Praktikan harus siap 15 menit sebelum praktikum dimulai dan mengumpulkan Laporan percobaan seminggu sebelumnya. Keterlambatan tanpa alasan yang jelas berakibat tidak diperkenankan mengikuti praktikum.
2. Sebelum praktikum praktikan harus mengikuti pretest untuk acara praktikum yang akan dilakukan.
3. Bila tidak dapat mengikuti praktikum harus menyerahkan surat keterangan yang dapat dipertanggung jawabkan dan **ditanda tangani oleh Kepala Laboratorium Teknik Kimia**. Surat tersebut digunakan untuk mendaftar Inhall (diperbolehkan hanya 1X).
4. Pada saat praktikum harus memakai jas praktikum, memakai sepatu, masker (APD) dan **membawa serbet bersih dan tisu**
5. Selama praktikum tidak boleh makan, minum dan merokok
6. Sebelum memulai praktikum, mahasiswa harus meminjam alat-alat Praktikum yang digunakan sesuai judul percobaan ke laboran. periksa alat-alat yang diberikan, cocokkan dengan daftar. Bila ada yang hilang/rusak supaya dilaporkan kepada laboran sebelum alat digunakan Praktikum.
7. Praktikan dilarang membawa buku petunjuk praktikum, **dianjurkan membawa Catatan langkah-langkah kerja percobaan** dan meninggalkan meja praktikum tanpa alasan yang jelas selama praktikum.
8. Sesudah selesai praktikum alat-alat harus dicuci dan dikembalikan ke laboran
9. Laboran akan memeriksa kelengkapan alat-alat sebelum laporan sementara disetujui
10. Laporan sementara di tanda tangani oleh para assiten jika mahasiswa sudah menyerahkan alat yang digunakan ke laboran .
11. Mahasiswa yang memecahkan/merusakkan/menghilangkan harus mengganti dengan batas 1 minggu, **APABILA TIDAK MENGGANTI MAKAN NILAI PRAKTIKUM TIDAK AKAN DIKELUARKAN .**
12. Bila merusakkan alat-alat yang dipakai bersama (misal : timbangan) ditanggung oleh seluruh praktikan pada hari yang bersangkutan.

13. Pergantian waktu praktikum akan diatur oleh Koordinator praktikum
14. Hal-hal yang belum tercantum dalam tata tertib akan diatur kemudian.

FORMAT PENULISAN LAPORAN

Laporan Praktikum terdiri dari :

1. Laporan sementara

Yang ditulis saat Praktikum

Laporan Sementara berisi :

- a) Judul percobaan
- b) Tujuan percobaan
- c) Nama praktikum
- d) Data hasil praktikum
- e) Tanda tangan praktikan dan tanda tangan Asisten pembimbing praktikan
- f) Laporan Sementara dibuat rangkap 3 atau tergantung jumlah praktikan dalam kelompok ditambah 1 untuk asisten pembimbing .
- g) Laporan sementara akan dikumpul bersama laporan resmi.

2. Laporan Resmi

Laporan yang dikumpulkan pada saat Praktikum selanjutnya .

Laporan praktikum Resmi berisi :

- a) Tujuan Percobaan
- b) Dasar teori
 - 1) dasar teori yg digunakan percobaan, kalau perlu ditambah dari literatur lain,
 - 2) masih dlm cakupan percobaan
- c) Alat dan Bahan
- d) Alat yg digambar adalah alat2 besar, misal alat rangkaian refluk, distilasi dsb, bukan alat yg kecil-kecil spt corong pisah, tabung reaksi dsb.
- e) Cara kerja
 - 1) harus menggunakan *flow diagram dan kalimatnya disesuaikan*, diringkas dan
 - 2) berupa kalimat aktif (menimbang x gram)
- f) Data Percobaan

Jika data yang diperoleh berulang sebaiknya menggunakan tabel, simetris ditengah halaman . Jika data yang diperoleh tidak berulang , cukup dengan kalimat yang melaporkan hasil yang diperoleh dan sifat-sifatnya, misal berapa volumenya, densitasnya, warna dan sifat-sifat yang lain.
- g) Pembahasan

Membahas hasil yang sudah diperoleh, adakah kelainan-kelainan ..? atau tidak sesuai dengan literatur, uraikan dengan ilmiah faktor-faktor apa yang mempengaruhi hasil yang diperoleh tidak sesuai yang diharapkan .

- h) Berisi kesimpulan dari percobaan yg dilakukan dan ***harus sesuai dg kontek tujuan percobaan*** .
- i) Daftar Pustaka
 - 1) Pustaka sesuai dengan yang digunakan dasar untuk menulis laporan praktikum.
 - 2) Urutan penulisan, nama penulis, tahun, judul buku, edisi, penerbit, kota penerbit
- j) Laporan ditulis tangan dengan kertas HVS ukuran folio.

DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Kata Pengantar	v
Tata Tertib Praktikum	vi
Format Penulisan Laporan	viii
Daftar Isi	x
Percobaan 1 Volumetri : Asidimetri Dan Alkalimetri	1
Percobaan 2 Volumetri : Argentometri	5
Percobaan 3 Kinetika Reaksi.....	8
Percobaan 4 Analisa Minyak Dalam Bahan Industri	11
Percobaan 5 Keseimbangan Sistem Biner Cair-Cair Sebagai Fungsi Suhu.....	1
Percobaan 6 Pembuatan Ester	5
Percobaan 7 Pemisahan Senyawa Dengan Kromatografi	8
Percobaan 8 Analisa Fotometri	14
Daftar Pustaka	18
Catatan	19

PERCOBAAN 1

VOLUMETRI : ASIDIMETRI DAN ALKALIMETRI

A. Tujuan percobaan :

1. Mempelajari tentang analisis volumetri asidimetri dan alkalimetri
2. Membuat larutan standar
3. Menstandarisasikan larutan tersebut dengan cara titrasi
4. Menetapkan konsentrasi larutan standar tersebut

B. Dasar Teori

Asidimetri dan alkalimetri yaitu 2 macam kelompok dari titrasi netralisasi. Asidimetri dan alkalimetri sering juga disebut dengan titrasi asidimetri dan titrasi alkalimetri. Titrasi asidimetri adalah titrasi larutan yang bersifat basa (basa bebas, dan larutan garam-garam terhidrolisis yang berasal dari asam lemah) dengan larutan standar asam. Titrasi alkalimetri adalah titrasi larutan yang bersifat asam (asam bebas, dan larutan garam-garam terhidrolisis yang berasal dari basa lemah) dengan larutan standar basa.

Larutan standar/larutan baku adalah suatu larutan yang konsentrasinya telah diketahui dengan pasti dan teliti. Dimana, proses penambahan larutan standar ke dalam larutan analit sampai terjadi reaksi sempurna disebut proses titrasi.

Dalam proses titrasi ada beberapa hal yang perlu diperhatikan, yaitu :

1. Indikator titrasi, yaitu zat kimia lain, analit atau titran yang sengaja ditambahkan pada proses titrasi untuk mengetahui titik ekuivalen.
2. Titik Ekuivalen/titik akhir teoritis, yaitu saat dimana reaksi tepat berlangsung sempurna.
3. Titik Akhir titrasi, yaitu suatu peristiwa dimana indikator telah menunjukkan warna dan titrasi harus dihentikan.

Dalam titrasi juga perlu diperhatikan larutan standar primernya dan larutan standar sekundernya. Larutan standar primer yaitu suatu zat yang sudah diketahui kemurniannya dengan pasti, konsentrasinya dapat diketahui dengan pasti dan teliti berdasarkan berat zat yang dilarutkan. Larutan standar sekunder adalah suatu zat yang tidak murni atau kemurniannya tidak diketahui, konsentrasi larutannya hanya dapat diketahui dengan teliti melalui proses standarisasi, standarisasi dilakukan dengan cara menitrasi larutan tersebut dengan larutan standar primer. Serta faktor

yang paling penting adalah ketepatan dalam pemilihan indikator agar kesalahan titrasi yang terjadi menjadi sekecil mungkin.

C. Alat dan bahan

Alat yang digunakan :

1. Gelas ukur 25 mL dan 50 mL
2. Pipet ukur 10 mL
3. Corong
4. Labu takar 100 mL dan 250 mL
5. Gelas arloji
6. Erlenmeyer 250 mL
7. Buret dan statif
8. Neraca analitik
9. Gelas piala 100 mL
10. Batang pengaduk

Bahan yang digunakan :

1. HCl pekat
2. Aquadest
3. Boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)
4. Metil Oranye (MO)
5. NaOH
6. Asam Oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
7. Indikator phenolphthaleine (pp)
8. Larutan Asam asetat (CH_3COOH)

D. CARA KERJA

A. Membuat Larutan Standar dan Standarisasi Larutan HCl

1. Untuk membuat larutan standar HCl 0,1 N

- a. Menyiapkan alat dan bahan yang akan digunakan.
- b. Menghitung volume pekat HCl yang akan digunakan dengan rumus pengenceran
- c. Mengambil larutan HCl pekat sesuai dengan perhitungan no. 2 dengan menggunakan pipet ukur
- d. Memasukkan larutan HCl pekat tersebut ke dalam labu takar 100 mL dan mengencerkannya dengan menambahkan aquades sampai tanda batas, kemudian dikocok sampai homogen

2. Standarisasi Larutan Standar HCl dengan Borak ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 0,05N

- a. Menimbang 0,5 gram borak murni
- b. Memasukkan boraks ke dalam gelas kimia dan melarutkannya dengan 25 mL aquades dan diaduk sampai homogen
- c. Memasukan larutan boraks ke dalam labu takar 100 mL, ditambahkan aquades hingga tanda batas, kocok hingga homogen
- d. Mengambil 25 mL asam oksalat, memasukkannya ke erlenmeyer dan menambahkan 2 tetes indikator metil oranye.
- e. Mentitrasi larutan ini dengan menggunakan larutan HCl standar (percobaan A.1) dalam buret sampai warna larutan berubah menjadi berwarna pink. Mencatat volume HCl yang diperlukan untuk titrasi.
- f. Mengulangi percobaan sebanyak 3 kali.

B. Membuat Larutan Standar dan Standarisasi Larutan NaOH

1. Membuat Larutan Standar NaOH 0,1 N dan 0,2 N

- a. Menyiapkan alat dan bahan yang akan digunakan.
- b. Menimbang 1 gram NaOH untuk larutan NaOH 0,1 N dan 2 gram untuk larutan NaOH 0,2 N
- c. Memasukkan ke dalam gelas kimia dan melarutkannya dengan 25 ml aquades
- d. Mendiamkan larutan tersebut beberapa saat sehingga pada bagian atas larutan terdapat cairan yang jernih.
- e. Mengambil 25 mL larutan NaOH pekat dan jernih tadi dengan pipet, memasukkan ke dalam labu takar 250 mL dan mengencerkannya dengan aquades sampai tanda batas, kemudian dikocok hingga homogen.

2. Standarisasi Larutan Standar NaOH dengan Asam Oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 0,05 N

- a. Menimbang dengan tepat 1,575 gram $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
- b. Memasukkannya ke dalam gelas kimia dan melarutkannya dengan 25 mL aquades dan diaduk sampai homogen.
- c. Setelah homogen, memasukkannya ke dalam labu takar 250 mL dan menambahkan aquades sampai tanda batas, kocok hingga homogen

- d. Mengambil 25 mL larutan asam oksalat (poin c), memasukkan ke dalam Erlenmeyer, menambahkan 2 tetes indikator pp.
- e. Menitrasi larutan ini dengan menggunakan larutan NaOH (dari percobaan B. 1) dalam buret sampai warna larutan berubah menjadi berwarna ungu. Mencatat volume NaOH yang diperlukan untuk titrasi.
- f. Mengulangi percobaan sebanyak 3 kali.

C. Penentuan Kadar Asam Asetat (CH_3COOH)

1. Mengambil 10 mL larutan asam asetat sampel
2. Memasukkannya ke dalam labu takar 100 mL, menambahkan aquades sampai tanda batas, kocok hingga homogen
3. Mengambil 10 mL (asam asetat poin 2) masukkan ke dalam suatu labu erlenmeyer dan memasukkan juga 2 tetes indikator pp.
4. Menitrasi larutan ini dengan menggunakan larutan NaOH (dari percobaan B. 1) dalam buret sampai warna larutan berubah menjadi berwarna ungu. Mencatat volume NaOH yang diperlukan untuk titrasi.
5. Mengulangi sebanyak 3 kali.

E. Diskusi dan pertanyaan

1. Tuliskan reaksi standarisasi yang terjadi pada percobaan A, B dan C!
2. Berapa konsentrasi masing-masing larutan standar yang Anda peroleh? Berapa standar deviasinya?
3. Berapa kemurnian asam asetat yang Anda peroleh?
4. Apakah faktor yang mempengaruhi titrasi alkalimetri dan asidimetri?

PERCOBAAN 2

VOLUMETRI : ARGENTOMETRI

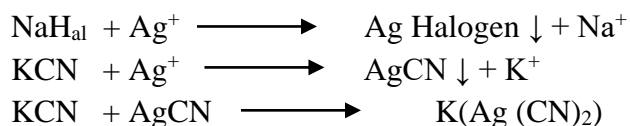
A. Tujuan Percobaan

1. Mempelajari analisis volumetri yaitu titrasi argentometri
2. Standarisasi Larutan
3. Menentukan kadar suatu unsur yang terkandung dalam bahan dengan metode volumetri

B. Dasar Teori

Analisis kuantitatif volumetri adalah salah satu analisis kuantitatif untuk menentukan banyaknya suatu zat dalam volume tertentu dengan mengukur banyaknya volume larutan standard yang dapat bereaksi secara kuantitatif dengan zat yang akan ditentukan.

Salah satu contoh Analisis Volumetri adalah titrasi pengendapan dan pembentukan kompleks. Suatu proses titrasi yang menggunakan garam Argentum Nitrat sebagai larutan standard disebut *Proses Titrasi Argentometri*. Dalam titrasi Argentometri, larutan AgNO_3 digunakan untuk menetapkan garam – garam Halogen dan Sianida, karena kedua jenis garam ini dengan ion Ag^+ dari suatu garam standard AgNO_3 dapat membentuk suatu endapan atau suatu senyawa kompleks, sesuai persamaan reaksi sebagai berikut :



Karena garam AgNO_3 mempunyai kemurnian yang tinggi sehingga garam tersebut dapat digunakan sebagai larutan standard primer.

Kendati demikian, untuk mengamati sempurnanya terjadi suatu reaksi pengendapan karena penambahan suatu larutan sulit dilakukan, dan biasanya dibuatkan suatu reaksi kimia yang menyebabkan terjadi endapan berwarna atau larutan berwarna pada saat titik akhir tercapai.

Titik akhir dapat ditetapkan dengan salah satu cara berikut ini (Jenkins, 1957) :

1. Dengan menambahkan larutan baku ke dalam larutan zat yang dianalisa sampai selanjutnya timbul endapan. Metode ini sering dipakai dalam penentuan kandungan klorida dari ion klorida dengan menggunakan larutan perak nitrat.
2. Dengan menambahkan larutan baku ke dalam suatu zat yang jernih yang akan dianalisa sampai suatu endapan mulai terbentuk. Ini sering kali digunakan dalam titrasi alkalisianida dengan larutan baku perak nitrat.

3. Dengan memakai indikator contohnya menggunakan kalium kromat yang menunjukkan titik akhir dengan terbentuknya perak kromat yang berwarna merah intensif.

C. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan :

1. Beker gelas 250 ml
2. Erlenmeyer 250 ml
3. Labu Takar 100 ml dan 250ml
4. Pipet ukur
5. Gelas arloji
6. Pengaduk gelas
7. Corong
8. Buret dan perlengkapannya
9. Pro pipet

Bahan yang digunakan :

1. NaCl Pro Analisis
2. NaCl Teknis (Garam dapur)
3. AgNO₃
4. Kalium Kromat
5. Aquades

D. Cara Kerja;

A. Membuat larutan standar AgNO₃ 0,1 N

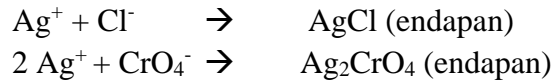
- 1) Timbang 4,247 g AgNO₃, larutkan dalam 100ml aquadest pada gelas beaker.
- 2) Masukkan larutan AgNO₃ ke dalam labu takar 250ml lalu tambahkan aquadest sampai tanda batas.
- 3) Kocok hingga larutan homogen.

B. Standarisasi AgNO₃ 0,1 N :

- 1) Keringkan NaCl Pro analisis pada suhu 100-130°C.
- 2) Timbang dengan seksama NaCl Pro analisis yang telah dikeringkan sebanyak 250 mg. Masukkan NaCl yang telah ditimbang ke dalam gelas beaker dan larutkan dengan 50 ml aquadest.
- 3) Pindahkan larutan NaCl di atas ke dalam labu takar 100 ml dan kocok hingga homogen, dan tambahkan aquades sampai tanda batas.
- 4) Ambil 10ml larutan NaCl dari dalam labu takar, lalu masukkan ke dalam erlenmeyer dan beri 1 ml indikator Kalium Kromat, buat larutan 3 kali.
- 5) Tuanglah AgNO₃ dari (butir A) ke dalam buret.

- 6) Titrasilah larutan NaCl dalam erlenmeyer dengan AgNO₃ sampai terjadi perubahan warna dan terbentuk endapan warna merah bata (Coklat-merah lemah) dan catat volume AgNO₃ (Ulangi titrasi hingga 3 kali).

Reaksi:



Perhitungan:

$$\text{Normalitas AgNO}_3 = \frac{mgNaCl}{BMNaCl \times mlAgNO_3}$$

C. Penentuan kadar Natrium Klorida dalam garam dapur kasar

- 1) Timbang dengan teliti 450 mgr NaCl.
- 2) Larutkan dalam 100 ml air, ambil 15 ml sampel.
- 3) Titrasi dengan larutan baku standar AgNO₃ 0,1 N dengan indikator Kalium Kromat 1 ml. (Titrasi diulang hingga 3X kali).



Perhitungan :

$$\text{Kadar NaCl} = \frac{\frac{100}{15} \times V_{AgNO_3} \times N_{AgNO_3} \times 58,5}{mg \text{ Bahan}} \times 100 \%$$

D. Diskusi dan pertanyaan

1. Berapa Kadar NaCl yang di dapat dalam percobaan anda ! sudah realitiskah kadar yang anda dapatkan.....?
2. Faktor-faktor apa sajakah yang mempengaruhi hasil yang anda dapatkan ..?

PERCOBAAN 3 KINETIKA REAKSI

A. Tujuan Percobaan

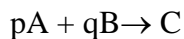
Menentukan tingkat reaksi :

- Logam magnesium dengan larutan asam klorida
- Ion permanganat dengan larutan asam oksalat

B. Dasar Teori

Kinetika kimia adalah salah satu cabang ilmu kimia yang mempelajari bagaimana suatu reaksi berlangsung. Dalam kinetika kimia dibicarakan tentang laju reaksi dan mekanisme reaksi. Pengertian laju reaksi digunakan untuk menerangkan berapa cepat reaksi berlangsung. Sedang mekanisme digunakan untuk menerangkan melalui langkah-langkah manakah suatu zat pereaksi berubah menjadi hasil reaksi.

Laju reaksi kimia biasanya didefinisikan sebagai perubahan konsentrasi zat yang ikut serta dalam reaksi tersebut persatuan waktu. Misalnya untuk reaksi:



$$\text{Laju reaksi (r)} = -\frac{d[A]}{dt} = -\frac{d[B]}{dt} = \frac{d[C]}{dt}$$

Persamaan ini menunjukkan bahwa laju reaksi suatu reaksi kimia adalah berbanding terbalik terhadap waktu dan sebanding dengan konsentrasi. Dari berbagai hasil percobaan ternyata bahwa laju reaksi tidak selalu merupakan fungsi linear dari konsentrasi zat pereaksi. Dan untuk reaksi di atas hal ini dapat dinyatakan secara empiris dalam persamaan berikut.

$$r = k[A]^p[B]^q$$

Secara kinetika kimia p dan q dikenal sebagai tingkat reaksi, sedangkan (p+q) adalah tingkat reaksi total tersebut.

Andaikan suatu reaksi mempunyai tingkat reaksi maka laju reaksi akan sebanding dengan (konsentrasi)ⁿ dan berbanding terbalik dengan t.

$$R = [C]^n$$

$$R = \frac{l}{t}$$

C = konsentrasi

N = tingkat reaksi

t = waktu

Oleh karena itu jika dibuat grafik $[C]^n$ vs $1/t$ maka diperoleh grafik berupa garis lurus sehingga tingkat reaksi suatu reaksi kimia dapat ditentukan.

Grafik C vs t berupa garis lurus maka tingkat reaksi nol.

Grafik $\ln C$ vs t berupa garis lurus maka tingkat reaksi satu.

Grafik I/C vs t berupa garis lurus maka tingkat reaksi dua.

C. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan

1. Beker gelas
2. Erlenmeyer
3. Labu Takar
4. Pipet tetes
5. Pipet ukur
6. Pro Pipet
7. Gelas Ukur
8. Stopwatch
9. Corong
10. Buret dan perlengkapannya

Bahan yang digunakan

1. Pita Magnesium
2. HCl 2 M
3. KMnO_4 0,1M
4. $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,7 M
5. Aquades

D. Cara Kerja

A. Logam magnesium dengan larutan asam klorida

1. Ambil 8 potong pita Mg dengan panjang sekitar 1 cm.
2. Dalam larutan 2 M HCl yang tersedia buatlah larutan HCl 1,8M; 1,6M; 1,4M; 1,2M; 1,0M; 0,8M; 0,6M masing-masing 10 ml.
3. Pindahkan 10ml HCl 2 M ke dalam labu erlenmeyer 50 ml masukkan 1 potong pita Mg.
4. Catat waktu reaksi, yaitu dari Mg dimasukkan sampai habis bereaksi.
5. Ulangi percobaan ini dengan menggunakan HCl 1,8M; 1,6M; 1,4M; 1,2M; 1,0M; 0,8M; 0,6M.
6. Catatlah dari hasil percobaan.
7. Tentukan tingkat reaksinya dengan menggambarkan grafiknya.

B. Ion permanganat dengan larutan asam oksalat

1. Siapkan 3 erlenmeyer ukuran 50 ml.
2. Buret-1 diisi larutan 0,1 M KMnO_4 buret 2 diisi larutan 0,7 M $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ dan buret-3 diisi aquades.
3. Dalam erlenmeyer yang tersedia reaksi $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ dan KMnO_4 menurut tabel berikut:

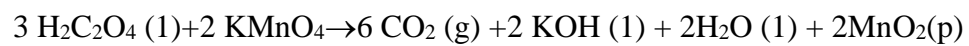
Pereaksi	Erlenmeyer
----------	------------

	1	2	3
Volume H ₂ C ₂ O ₄ ml	10	20	10
Volume KMnO ₄ ml	2	2	4
Volume Aquades ml	12	2	10

Perhatian : campur terlebih dahulu aquades dengan asam oksalat, goyang erlenmeyer agar larutan homogen, kemudian tambahkan KMnO₄

4. Ulangi percobaan di atas sekali lagi dan catat datanya tentukan orde reaksi secara analitis

Reaksi



Laju reaksi:

$$R = k [\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4]^m [\text{KMnO}_4]^n$$

E. Diskusi dan pertanyaan

1. Apa yang dimaksud Orde reaksi ?
2. Orde berapa yang anda dapatkan dalam percobaan ? Jelaskan alasannya!
3. Sebutkan dan jelaskan faktor –faktor yang mempengaruhi kinetika reaksi !

PERCOBAAN 4

ANALISA MINYAK DALAM BAHAN INDUSTRI

A. Tujuan Percobaan

1. Menentukan kadar minyak dalam suatu bahan
2. Menentukan kadar air terikat

B. Dasar Teori

Lemak dan minyak adalah trigliserida. Keduanya merupakan senyawa organik yang terdapat dalam alam dan tidak larut dalam air namun larut dalam pelarut organik non polar seperti suatu hidrokarbon, eter, dan klorofom. Perbedaan yang dapat diamati secara langsung dari keduanya adalah pada suhu kamar lemak berwujud padat sedang minyak berwujud cair. Kebanyakan gliserida dalam hewan adalah lemak, sedangkan gliserida dalam tumbuhan berupa minyak.

Ada beberapa cara untuk mengambil minyak/lemak dari suatu bahan tertentu. Salah satunya adalah dengan cara ekstraksi.

C. Alat dan Bahan

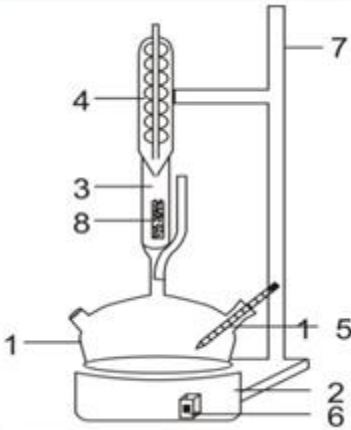
Alat-alat yang digunakan:

- | | | |
|-------------------|-----------------------|--------------------|
| 1. Soxhlet | 6. Eksikator | 11. Cawan porselin |
| 2. Kompor listrik | 7. Gelas beaker 100ml | 12. Termometer |
| 3. Oven | 8. Timbangan | 13. Sumbat |
| 4. Piknometer | 9. Labu leher | 14. Pipa L |
| 5. Pendingin | 10. Erlenmeyer | |

Lurus

Bahan yang diperlukan:

1. Sampel : kemiri
2. N- hexana
3. Kertas saring



1. Labu leher tiga
2. Kompor Pemanas
3. Soxhlet
4. Kondensor
5. Termometer
6. Pengatur skala panas
7. Statip dan klem
8. Tempat bahan

Gambar 1. Rangkaian Alat Ekstraksi Soxhlet

D. Cara Kerja

a. Ekstraksi

1. Timbang 7 dan 10 gram sampel kemiri tua dan kacang yang telah diiris tipis-tipis.
2. Bungkus dengan kertas saring. Masukkan dalam soxhlet
3. Isi soxhlet dengan n-Hexane sampai n-Hexane mengalir. Tambahkan sampai ½ soxhlet terisi (1 ½ sirkulasi).
4. Proses ekstraksi dilakukn 15 sirkulasi.
5. Suhu air dalam panci 70°C - 75°C

b. Distilasi

1. Ambil bahan dari soxhlet
2. Lakukan distilasi sehingga n-Hexane terpisahkan dari minyak

c. Pemurnian hasil

1. Masukkan minyak hasil ekstraksi dalam cawan porselin
2. Masukkan cawan ke dalam oven selama 20 menit
3. Dinginkan dalam eksikator
4. Timbang minyak hasil

d. Analisa kadar air terikat

1. Timbanglah 5 gram sampel (2 sampel yang ditimbang)
2. Masukkan ke dalam krus porselin
3. Keringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 1 jam , kemudian dinginkan dalam eksikator.
4. Timbanglah sampel tersebut hingga beratnya konstan dan catatlah hasilnya

$$\text{Kadar air} = \frac{(a - b) \times 100}{a} \times 100 \%$$

Keterangan : a = Berat sampel mula-mula

b = Berat sampel setelah dikeringkan.

E. Perhitungan

Berat minyak = berat (cawan + minyak) - berat cawan kosong

% minyak dalam bahan = berat minyak / berat bahan x 100%

F. Diskusi dan pertanyaan

1. Kemukakan tentang faktor-faktor yang mempengaruhi % hasil yang diperoleh
2. Bagaimana caranya untuk mengetahui bahwa minyak yang anda peroleh adalah minyak kemiri? Jelaskan alasan saudara .
3. Sebutkan bahan-bahan yang dapat diekstraksi yang menghasilkan minyak .
4. Sebutkan fungsi air yang terkandung dalam suatu bahan!
5. Sebutkan jenis air yang terkandung dalam suatu bahan !

PERCOBAAN 5

KESETIMBANGAN SISTEM BINER CAIR-CAIR SEBAGAI FUNGSI SUHU

A. Tujuan Percobaan

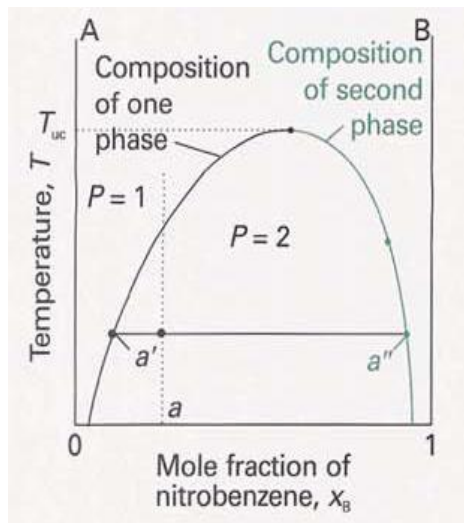
Menentukan sifat larutan biner dengan membuat diagram suhu versus komposisi berdasarkan kelarutan.

B. Dasar Teori

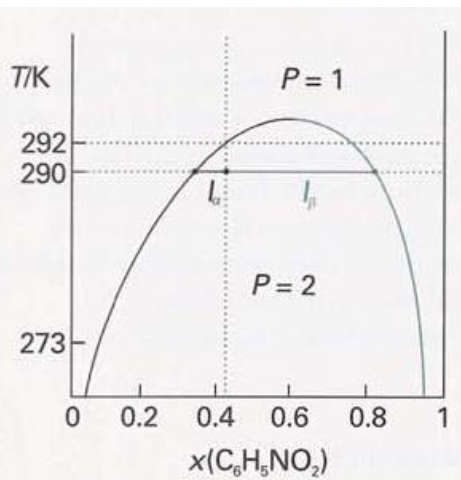
Sistem biner cair-cair terdiri atas pasangan cairan campur sebagian, yaitu cairan yang tidak tercampur dalam semua semua proporsi pada semua temperatur. Contohnya adalah nitrobenzena (A) dan heksana (B).

Misalkan kita menambahkan sedikit cairan B pada sampel cairan A pada suhu tertentu T' , cairan B larut sempurna, dan system biner tetap satu fase. Dengan makin banyak penambahan B, tiba pada suatu tahap dimana B tidak larut lagi. Sekarang sampel terdiri atas dua fase yang berada dalam kesetimbangan satu sama lain. Fase yang paling banyak mengandung A dijenuhi oleh B. Fase lainnya adalah B yang sedikit dan dijenuhi oleh A. Dalam diagram suhu-komposisi di bawah ini komposisi fase pertama ditunjukkan oleh a' dan komposisi fase kedua ditunjukkan dengan titik a'' . Garis mendatar yang menghubungkan a' dengan a'' disebut garis hubung, yaitu garis yang menghubungkan dua fase yang berada dalam kesetimbangan satu dengan yang lain. Dengan aturan tuas dapat dinyatakan :

$$\frac{l''}{l'} = \frac{\text{kuantitas fase dengan komposisi } a'}{\text{kuantitas fase dengan komposisi } a''}$$



A. Gambar kurva batas fase



B. Gambar plot perbandingan

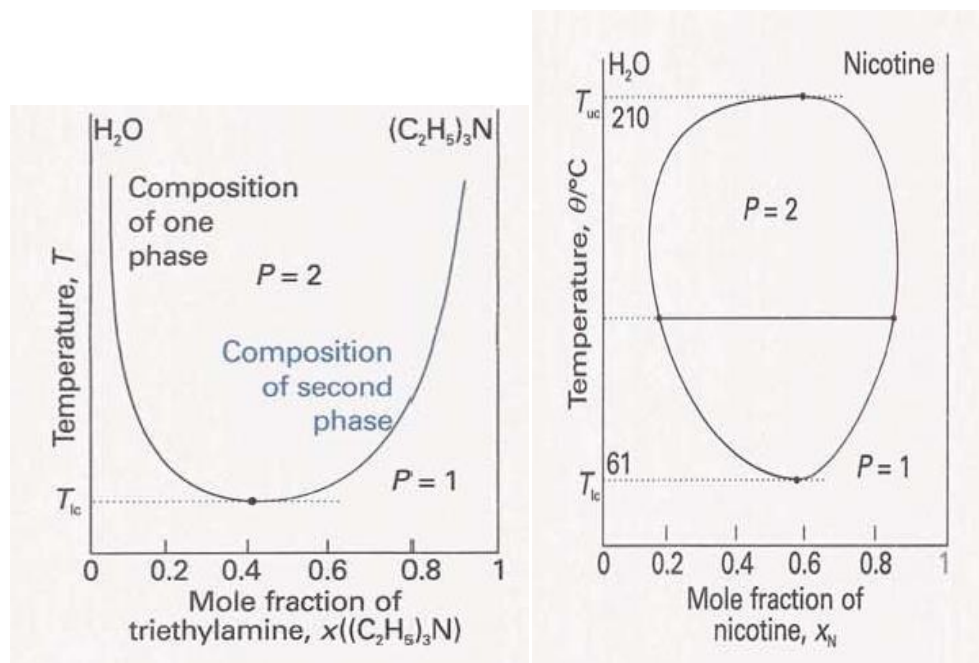
Gambar 2. Kurva Fase Nitrobenzena dan Heksana

Jika lebih banyak B ditambahkan, A sedikit larut di dalamnya. Komposisi kedua fase dalam kesetimbangan tetap a' dan a'' , tetapi jumlah fase kedua bertambah dengan berkurangnya fase pertama. Suatu tahap akan dicapai jika B sedemikian rupa banyaknya, sehingga melarutkan semua A, dan system kembali berfase tunggal. Penambahan B lebih banyak lagi sekarang hanya akan mengencerkan larutan, dan seterusnya larutan itu tetap berfase tunggal.

Suhu mempengaruhi komposisi kedua fase pada kesetimbangan. Untuk kasus nitrobenzene dan heksana, menaikkan suhu akan menambah kemampuan bercampurnya menjadi fase tunggal. Diagram fase keseluruhan dapat dibuat dengan mengulang pengamatan-pengamatan pada berbagai temperatur dan kemudian menggambarkan garis yang meliputi daerah dua fase.

Suhu kritis atas T_{uc} adalah batas atas suhu dimana terjadi pemisahan fase. Di atas suhu batas atas, kedua komponen benar-benar bercampur. Kondisi ini ada karena gerakan termal yang lebih besar menghasilkan kemampuan campur yang lebih besar pada kedua komponen.

Beberapa system memperlihatkan suhu kritis bawah T_{lc} , dimana dibawah suhu itu kedua komponen bercampur dalam segala perbandingan dan diatas temperature itu kedua komponen membentuk dua fase. Salah satu contohnya adalah air dan trietilamina. Ada juga system yang mempunyai T_{uc} dan T_{lc} , yaitu air-nikotin.



Gambar 3. Kurva Fase

C. Alat dan bahan

Bahan :

1. Hexana.
2. Nitrobenzene.
3. Es batu dan garam dapur.

Alat :

1. Termostat 0-50 °C
2. Termometer -10-50 °C
3. Tabung reaksi
4. Piknometer 10 cc
5. Pipet volum 10 cc
6. Gelas Piala

D. Cara kerja :

1. Menentukan berat jenis nitrobenzene dan hexana dengan cara piknometer :

- a. Timbang piknometer kosong beserta tutupnya, catat hasilnya
- b. Isi dengan aquades sampai penuh, pasang tutupnya, lap dengan tisu bagian luar yang basah.
- c. Timbang dan catat hasilnya.
- d. Dengan cara yang sama isi piknometer dengan nitrobenzen, selanjutnya juga untuk n-hexana
- e. Masukkan nitrobenzene dan hexana ke dalam masing-masing tabung reaksi dengan komposisi sbb :

Tabung Reaksi	A	B	C	D	E	F
Nitrobenzena (ml)	1	1,5	2	2,5	3	3,5
Hexana (ml)	4	3,5	3	2,5	2	1

- c. Masukkan es batu dan garam dalam Erlemnyer, juga masukkan thermostat, aduk-aduk sampai suhunya mendekati nol derajat celcius.
- d. Masukkan tabung reaksi yang berisi larutan tabung A dan di lengkapi dengan termometer ke dalam thermostat. Jika sudah terjadi pemisahan fase yang jelas (cukup banyak) catat suhu dalam tabung reaksi (data a).
- e. Angkat tabung reaksi tersebut beserta thermometer dari thermostat, tahan diudara (jika terlalu lama tidak terjadi pemisahan fase maka dapat dicelupkan di beaker glass yang diisi air hangat) . Amati perubahan fase dari dua fase menjadi satu fase. Catat suhu ketika salah satu fase tepat menghilang (suhu batas fase).
- f. Ulangi percobaan untuk tabung tersebut sekali lagi.
- g. Lanjutkan pengamatan untuk tabung berikutnya (B,C, D dst)

Pengolahan Data dan Perhitungan :

1. Membuat kurva hubungan antara suhu batas fase terhadap fraksi mol :
 - a. Menghitung fraksi mol :
$$\text{Mol A} = \text{vol A} \times \text{densitas A} / \text{Berat molekul A}$$
$$\text{Fraksi mol A} = \text{mol A} / (\text{mol A} + \text{mol B})$$
 - b. Mengeplotkan titik data ke kurva suhu versus fraksi mol
 - c. Menghubungkan pola titik secara stimulus sehingga menjadi kurva parabola.
2. Menghitung komposisi masing-masing fase di data titik a :
 - a. Plot data titik a pada kurva yang telah dibuat.
 - b. Buat garis lurus sejajar sumbu X, titik potong dengan kurva batas fase sisi kiri (a') adalah komposisi fase miskin nitrobenzene, sedang yang kanan (a'') adalah komposisi fase kaya nitrobenzene. (lihat gambar A)
 - c. Hitung panjang l' dan l'' (lihat gambar B), hitung dengan persamaan berikut sehingga diperoleh perbandingan a' terhadap a''.

$$\frac{l''}{l'} = \frac{\text{kuantitas fase dengan komposisi } a'}{\text{kuantitas fase dengan komposisi } a''}$$

PERCOBAAN 6 PEMBUATAN ESTER

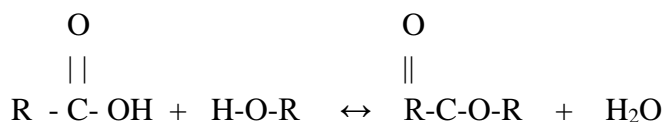
A. Tujuan Percobaan

Mempelajari efek penambahan asam sulfat sebagai katalisator dalam proses pembuatan etil asetat.

B. Dasar Teori

Reaksi esterifikasi adalah reaksi antara alkohol dan asam organik yang menghasilkan ester. Reaksi ini bersifat reversibel dan berlangsung sangat lambat. Reaksi dengan arah sebaliknya yaitu peruraian ester menjadi alkohol dan asam organik disebut reaksi Hidrolisa.

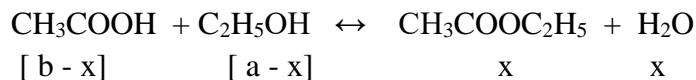
Reaksi :



Untuk memperbesar hasil reaksi esterifikasi maka keseimbangan harus digeser ke kanan dengan cara memperbesar konsentrasi asam asetat, alkohol atau pengikatan molekul air dengan asam sulfat pekat atau HCl kering (dalam bentuk gas). Pada pembuatan etil asetat dengan adanya sedikit H₂SO₄ pekat, setelah direfluk beberapa jam terjadi keseimbangan dimana 2/3 bagian etanol dan asam asetat bereaksi menghasilkan etil asetat dan air. Pada kondisi ini dapat dihitung tetapan Keseimbangan menurut Hukum Guldberg dan wage (Hukum aksi masa) yaitu :

$$K = \frac{[\text{Etil asetat}] [\text{H}_2\text{O}]^{2/3}}{[\text{Asam asetat}] [\text{etanol}]^{1/3}} = \frac{[2/3] [2/3]}{[1/3] [1/3]} = 4$$

Jika a gmol etanol direaksikan dengan b mol asam asetat maka pada saat keseimbangan tercapai, keadaanya :



$$x^2$$

$$K = \frac{x^2}{(a - x)(b - x)}$$

Sehingga kuantitas etil asetat produk reaksi pada saat mencapai kesetimbangan dapat diperkirakan.

C. Alat dan Bahan

Alat :

1. Timbangan analitis
2. Botol timbang
3. Labu leher tiga
4. Pendingin
5. Termometer
6. Kompor listrik
7. Water bath
8. 1 set alat destilasi
9. Corong pemisah dan perlengkapannya
10. Gelas beaker
11. Gelas ukur 10 ml
12. Erlenmeyer 125 ml

Bahan :

1. Asam asetat glasial
2. Etanol
3. Asam sulfat pekat
4. Larutan Na_2CO_3 5 %
5. Larutan CaCl_2 jenuh
6. MgSO_4 kristal
7. Aquades
8. Batu didih

D. Cara Kerja :

1. Masukkan 15 gram asam asetat glasial dan 11,5 gram etanol secara hati-hati kedalam labu destilasi (**kerja di dalam lemari asam !**), kemudian tambahkan sejumlah tertentu asam kuat pekat dan beberapa buah batu didih (menurut petunjuk asisten)
2. Lakukan proses refluk terlebih dahulu pada suhu 70°C , dengan menggunakan pemanas air selama 1 -1,5 jam.
3. Setelah proses refluk selesai, dinginkan sebentar dan kemudian lakukan destilasi selama 0,5 – 1 jam pada suhu $77,1^\circ \text{C}$ hingga diperoleh hasil .
4. Destilat yang diperoleh dinetralkan dengan menambahkan Natrium Carbonat 5 % (periksa dengan kertas pH hingga destilat pada range pH normal)
5. Pindahkan ke dalam corong pemisah dan lapisan ester dipisahkan dengan penambahan larutan jenuh CaCl_2 kurang lebih 5 ml. Lapisan ester yang telah

terpisahkan kemudian dimurnikan kembali dengan menambahkan MgSO_4 kristal kira-kira 1 gram.

6. Catat hasil yang diperoleh, meliputi volume, berat jenis, warna dan bau
7. Bandingkan hasil yang saudara peroleh dengan hasil percobaan yang lain.

E. Diskusi :

- a. Perkirakan, metode pembuatan ester tersebut menurut cara siapa ?
- b. Jika dalam pembuatan ester tidak menggunakan H_2SO_4 , apa yang akan terjadi ?
- c. Bagaimana caranya untuk mendapatkan ester yang banyak? Jelaskan caranya

PERCOBAAN 7

PEMISAHAN SENYAWA DENGAN KROMATOGRAFI

A. Tujuan Percobaan

1. Mengetahui dan memahami pemisahan dengan metode kromatografi lapis tipis dan *gas chromatography*
2. Menggunakan KLT untuk mengamati komponen yang terkandung dalam zat warna daun tumbuhan.
3. Menggunakan GC untuk mengamati komponen yang terkandung dalam zat warna daun tumbuhan.

B. Dasar Teori

1. Kromatografi

Kromatografi adalah satu cara pemisahan yang didasarkan pada perbedaan distribusi komponen-komponen sampel di antara dua fasa yang berbeda yaitu fasa diam dan fasa bergerak. Fasa diam adalah fasa yang tetap tidak bergerak di jalan sistem, sedangkan fasa gerak adalah fasa yang melalui lapisan yang menyelubungi permukaan fasa diam. Perbedaan interaksi materi pada sampel dengan fasa diam dan fasa gerak menyebabkan laju perpindahan (pergerakan) materi tersebut berbeda.

Fasa diam dapat berupa suatu padatan atau cairan yang dielusiakan di dalam padatan pendukung, sedangkan fasa bergerak berupa larutan atau gas. Berdasarkan perbedaan wujud fasa diam dan fasa geraknya, maka dikenal kromatografi serapan dan kromatografi partisi. Kromatografi serapan adalah kromatografi yang menggunakan fasa diam berupa padatan, misalnya KLT, kromatografi penukar ion, dan kromatografi kolom. Kromatografi partisi menggunakan fasa diam berupa zat cair, misalnya kromatografi kertas.

Kromatografi serapan didasarkan pada retensi zat terlarut oleh absorpsi permukaan adsorben. Pemisahan dipengaruhi oleh kesetimbangan yang terjadi pada bidang antar muka antara fasa gerak cair. Pada saat sampel teradsorpsi, zat terlarut dipaksa untuk berpindah oleh aliran fasa gerak, sehingga molekul-molekul dengan afinitas besar akan tertahan secara selektif pada fasa diam.

2. Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Kromatografi Lapis Tipis (KLT) merupakan salah satu jenis kromatografi dimana menggunakan fasa diam berupa zat padat yang dilekatkan pada suatu plat kaca atau plat plastik. Di dalam KLT komponen sampel yang dipisahkan mengalami penyerapan oleh fasa diam padatan yang dilekatkan pada plat tipis dengan fasa gerak yang mengalir melalui penyerap zat padat. Komponen sampel akan mengalami pemisahan di dalam fasa diam yang disebabkan oleh perbedaan kecepatan perpindahan komponen satu dengan yang lain yang bergantung pada kelarutan

komponen di dalam fasa gerak dan kekuatan adsorpsi fasa diam terhadap komponen sampel tersebut.

Pemisahan terjadi jika salah satu komponen diserap lebih kuat oleh fasa diam dari komponen lain atau memiliki kelarutan lebih kecil pada fasa gerak dibanding komponen lain. Pemisahan juga dipengaruhi oleh ukuran partikel padatan pada fasa diam. Semakin kecil dan semakin homogen, maka pemisahan yang dihasilkan akan semakin baik begitu pula sebaliknya.

Fasa gerak yang digunakan untuk KLT tergantung pada senyawa yang akan dipisahkan. Hal ini tergantung pada tingkat kepolaran dari komponen sampel yang akan dipisahkan. Komponen yang polaritasnya lebih besar akan lebih baik atau terpisah dengan mudah menggunakan pelarut yang polaritasnya besar juga, demikian pula bila komponen sampel tidak polar maka akan lebih mudah terpisah menggunakan pelarut yang tidak atau kurang polar.

Identifikasi senyawa yang terpisah pada KLT didasarkan pada harga R_f (retardation factor), yang kemudian dibandingkan dengan harga R_f standar. Harga R_f dapat dirumuskan sebagai berikut:

$$R_f = \frac{\text{Jarak yang ditempuh senyawa dari titik awal}}{\text{Jarak yang ditempuh pelarut dari titik awal}}$$

3. Kromatografi gas

Kromatografi gas merupakan suatu cara kromatografi dimana sampel diuapkan dan diinjeksikan ke dalam bagian atas dari kolom. Sampel kemudian dibawa melalui kolom oleh gas pembawa yang bersifat inert. Kolom sudah berisikan fasa diam. Kromatografi gas dibagi menjadi dua jenis yaitu kromatografi padat dan cair, komponen alat antara kromatografi gas padat dan gas cair hampir sama. Komponen standar alat *gas chromatography* (GC) adalah :

1. Gas pembawa sebagai fasa gerak, gas yang umum, digunakan adalah helium, nitrogen, argon, neon, hidrogen, oksigen dan udara
2. Pengatur aliran dan tekanan gas pembawa
3. Tempat injeksi
4. Kolom
5. *Electron Capture Detector* (ECD)

C. ALAT dan BAHAN

Alat yang digunakan :

1. Lumpang porselin
2. Plat klt
3. Gelas pengembang
4. Lampu uv
5. Pipet kapiler 1ml

6. Tabung reaksi
7. Centrifuge
8. *Gas Chromatography*

Bahan yang digunakan :

1. Daun bayam
2. Aseton
3. Etanol
4. Kloroform
5. Petroleum eter

D. Cara Kerja

I. Ekstraksi zat warna pada daun tumbuhan

1. Timbang 0,5gram daun bayam
2. Daun tersebut kemudian dipotong-potong dan digerus dengan lumpang porselin
3. Tambahkan 1,0ml aseton (dingin) pada lumpang porselin dan penggerusan dilanjutkan
4. Bila aseton berkurang atau habis menguap tambahkan lagi sebanyak 0,5-1ml lagi agar proses selanjutnya dapat dilakukan
5. Dengan menggunakan pipet tetes (pipet Pasteur) pindahkan campuran aseton dan komponen terlarut ke dalam tabung sentrifuse.
6. Campuran di sentrifuse untuk memisahkan endapan dan larutan
7. Ambil larutan berwarna hasil sentrifuse dengan pipa kapiler dan uji dengan TLC.
8. Cobalah ulangi prosedur 1-6 di atas dengan menggunakan pelarut yang berbeda misalnya : kloroform, Aseton atau petroleum eter. lanjutkan dengan mengujinya dengan KLT.

II. Analisis zat warna daun dengan KLT

1. Sampel (ekstrak daun bayam) dengan aseton diambil menggunakan pipa kapiler (ujung pipa kapiler dibuat runcing terlebih dahulu)
2. Totolkan ujung kapiler pada plat KLT ukuran 2,5x5cm. Sebelumnya plat KLT diberi tanda (garis) melintang pada bagian ujung dan pangkalnya dengan pensil dengan jarak 0,5cm dari ujung KLT.
3. Plat yang telah ditotol dengan sampel kemudian didiamkan beberapa saat agar pelarut menguap, kemudian plat KLT dimasukkan ke dalam gelas pengembang yang telah diisi sebelumnya dengan larutan pengembang campuran 70% PE dan 30% aseton. Buat larutan pengembang dengan campuran 70% PE dan 30% pelarut yang lain.
4. Tutup rapat botol pengembang dan biarkan plat di dalam botol hingga larutan pengembang mencapai batas atas.

5. Selanjutnya plat di ambil dan di kering-anginkan beberapa menit untuk menghilangkan larutan pengembang.
6. Letakkan plat KLT di bawah lampu UV dan amati yang terjadi.
7. Berilah tanda dengan pensil atau noda-noda yang terbentuk.
8. Tentukanlah harga Rf masing-masing komponen yang ada dalam masing-masing pelarut .

III. Kromatografi gas

A. Mengaktifkan GC

1. Aktifkan Un-interruptable Power Supply (UPS) jika ada.
2. Buka katup gas (alirkan gas ke GC)
 - a. Gas Helium (He) sebagai gas pembawa (carier)
 - b. Gas Nitrogen (N2) sebagai pembawa (carier) dan sebagai make up gas (FID)
 - c. Gas Hydrogen (H2) sebagai gas pembakar (FID)
 - d. Gas Compress Air sebagai pembakar (FID)
3. Aktifkan computer.
4. Aktifkan Gas Chromatography (GC) dengan tombol On/Off berada di sisi kiri bawah, tunggu hingga GC selesai initialisasi & self test (kira-kira 2 menit).
5. Aktifkan software chemstation dengan doble click kiri icon instrument 1 online atau klik start ◇ Program ◇ ChemStation ◇ Instrument 1 online.
6. Pastikan menu berada pada “Method and Run Control” ◇ Method ◇ Load Method (Conditioning Methode) ◇ pilih metode yang diinginkan.
7. Sebelum digunakan, pastikan column sudah diconditioning dengan suhu 20oC dibawah suhu maximum column atau diatas suhu operational tetapi tidak diperbolehkan melewati suhu max column seperti yang tertera di tag column.
8. Conditioning GC selama 30 menit.
9. Load method yang akan digunakan untuk analisa (Method and Run Control) ◇ Method ◇ Load Method ◇ Pilih Method.

B. Analisis Sampel

1. Isi identitas sampel melalui : Run Control ◇ Sample Info ◇ Isi Operator Name, Sub Directory (untuk memudahkan pencarian data, gunakan tanggal hari ini), Nama Signal, Nama Sample, komentar bila ada.
2. Apabila menggunakan Sequance, isi identitas sampel melalui : Sequence ◇ Sequence Parameter ◇ Isi Operator Name, Sub Directory (untuk memudahkan pencarian data, gunakan tanggal hari ini), Pastikan Data file Prefix/Counter, Nama Signal, Counter.
3. Pastikan Parts of Method to Run berada pada According to Runtime Checklist : Sequence ◇ Sequence Table :
 - Location : isikan lokasi vial sampel
 - Sample Name : sampel yang akan dianalisa

- Method Name : method yang digunakan untuk analisa
 - Inj/Location : jumlah injeksi pada satu lokasi vial
 - Inj Volume : jumlah sampel yang diinjeksikan ke GC
 - Injector : Front atau Back
 - Sample Info : apabila diperlukan Sequence ◇ Save Sequence.
4. Tunggu hingga status di layar computer ready (warna hijau) atau pada display GC : Ready for Injection dan lampu indicator “not ready” (warna merah) pada panel GC off.
 5. Pastikan ikon Sequence aktif dengan cara pilih Run Control ◇ Run Sequence.
 6. Tunggu hingga analisa selesai, hasil analisa akan langsung tercetak secara otomatis.

C. Kalibrasi Standar

1. Setelah selesai “running” standard, pada menu View klik menu Data Analysis
2. Ambil data yang akan dianalisa melalui : File ◇ Load Signal ◇ double click Data yang diinginkan.
3. Bila pada data yang dipilih terdapat “peak” yang tidak dikehendaki untuk di integrasi, klik Integration ◇ Auto Integration atau Integration Event isi nilai parameter yang cocok Save lewat icon bergambar buku hijau Yes.
4. Isi Calibration Table melalui Calibration → New Calibration Table ◇ Auto ◇ isi column “compound name” dengan nama masing – masing compound ◇ Concentrasi masing-masing compound, klik Yes.
5. Bila data sudah terkalibrasi dan ingin di edit, cukup melalui Calibration ◇ Recalibrate ◇ Replace bila ada Retention Time (RT) yang berubah, ganti dengan RT yang baru.
6. Simpan data yang sudah terkalibrasi ◇ File ◇ Save ◇ Method.
7. Cetak hasil kalibrasi melalui menu Report ◇ Print Report ◇ Print.

D. Mematikan GC

1. Turunkan suhu inlet dan detector tanpa mematikan gas carrier.
2. Tunggu hingga suhu di Oven, Inlet, dan Detector berada pada suhu dibawah 50°C
3. Close software Chemstation : File ◇ Exit
4. Tekan tombol Off (matikan GC)
5. Matikan UPS jika ada tutup kembali katup gas Helium (He), Nitrogen (N₂), Hydrogen (H₂), dan Compressed Air.

E. Diskusi dan Pertanyaan

1. Sebagai larutan pengembang dapat digunakan larutan yang memiliki polaritas rendah atau tinggi atau campuran keduanya. Apakah tujuan dari pencampuran dua larutan yang memiliki polaritas yang berbeda?Jelaskan!

2. Pada kromatografi lapis tipis diperoleh dua noda yang saling berdekatan (berdempetan). Apa yang dapat digunakan untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif. Jelaskan!
3. KLT dapat digunakan untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif. Jelaskan!
4. Sebutkan macam –macam kromatografi serta kegunaannya .
5. Dari jawaban soal nomor 4, Kromatografi apa yang fungsinya lebih luas? Jelaskan !

PERCOBAAN 8 ANALISA FOTOMETRI

A. Tujuan Percobaan

1. Menentukan konsentrasi senyawa dengan membandingkan intensitas warna larutan.
2. Membuat grafik standar.
3. Menentukan konsentrasi larutan berwarna dengan spektrofotometer.

B. Dasar Teori

Apabila sinar mengenai suatu media maka intensitasnya berkurang karena adanya serapan dan pemantulan atau penghamburan oleh media.

Lambert (1760) menyelidiki hubungan antara intensitas mula-mula dan setelah melalui media, yang menghasilkan hukum Bouguer Lambert berikut : apabila sinar monokromatis melalui media yang transparan, maka berkurangnya intensitas adalah sebanding dengan bertambahnya tebal media yang dilewati. Bila ditulis dalam persamaan matematisnya:

$$-dI = k \cdot I \cdot dt$$

dimana ; I = intensitas mula-mula pada panjang gelombang tertentu

t = tebal media yang ditembus sinar

k = koefisien serapan

Bila $t = 0$ dan intensitas sinar sebelum melewati media I_0 dan setelah melewati media I_t , maka integrasi persamaan diatas menghasilkan :

$$\begin{aligned} \ln \frac{I_t}{I_0} &= -kt \\ \frac{I_t}{I_0} &= e^{-kt} \\ I_t &= I_0 \cdot 10^{-K \cdot T} \\ k' &= \text{koefisien ekstingsi} \end{aligned}$$

Beer (1852) menyelidiki hubungan antara intensitas serapan dan konsentrasi media yang berupa larutan, pada tebal media yang tetap. Ternyata diperoleh hubungan yang serupa dengan yang diperoleh Lambert.

$$\begin{aligned} \ln \frac{I_t}{I_0} &= -k C \\ C &= \text{konsentrasi larutan} \end{aligned}$$

Paduan hukum Bogner dan Beer dikenal sebagai hukum Bougner Lambert –Beer yang ditulis dengan :

$$I_t = I_0 \cdot 10^{-E_t C}$$

Dimana rumus tersebut dapat digunakan dalam penetapan secara kolorimetri.

Jika : $I_{t1} = I_{t2}$ maka $I_0 \cdot 10^{-E_{t1} C_1} = I_0 \cdot 10^{-E_{t2} C_2}$

Dapat disimpulkan bahwa : $t_1 C_1 = t_2 C_2$

Maka jika dua larutan dengan warna yang sama konsentrasi zat terlarutnya juga sama.

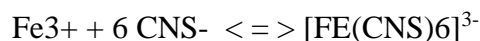
Kolorimetri adalah salah satu metode analisa kimia yang didasarkan pada perbandingan intensitas warna suatu larutan dengan warna larutan standar. Metode analisa ini merupakan bagian dari analisa kimia fotometri. .Analisa fotometri yang lain misalnya : analisa turbidimetri, nefelometri dan fluorometri.

Perbedaan analisa kolorimetri dengan analisa fotometri yang lain terutama terletak pada macam larutan yang dianalisa bukan berupa larutan koloid. Maka metode analisa ini disebut kolorimetri., sedang bila larutan koloid, maka metode analisa yang dapat digunakan berupa metode analisa turbidimetri atau nefelometri. Metode analisa fotometri untuk larutan koloid dinamakan analisa turbidimetri, bila intensitas sinar yang diukur adalah sinar terusan. Bila yang diukur adalah sinar yang terhambur oleh larutan koloid maka disebut metode nefelometri. Apabila sumber sinar yang digunakan adalah sinar ultraviolet maka larutan dapat mengalami fluorescensi, sehingga metode analisa fotometri ini dinamakan metoda flourrimetri.

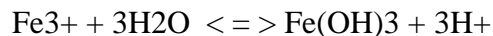
Untuk analisa kolorimetri sebagai sinar biasanya dipakai sinar putih dibuat dengan peralatan sederhana, alat ini disebut kolorimetri. Kolorimetri yang dilengkapi dengan sel fotometer, sebagai pengganti mata untuk mengukur intensitas warna disebut fotometer penyaring.

Metode kolorimetri lebih menguntungkan dibanding metode analisa yang lain, hal ini disebabkan metoda kolorimetri memerlukan waktu, bahan kimia dan cuplikan yang relatif sedikit. Metode kolorimetri biasanya digunakan untuk menganalisa zat atau unsur yang terdapat dalam jumlah kecil (kurang dari 1 %) dalam cuplikan, namun alat ini harganya relatif mahal.

Untuk larutan berwarna , misalnya



Supaya reaksi berlangsung sempurna dipergunakan teosianat yang berlebihan, sedang untuk menghindarkan hidrolisa diperlukan asam kuat.



Pada analisa spektrofotometri intensitas sinar sebelum dan setelah melewati media diukur. Intensitas warna yang diserap dapat ditentukan dengan membandingkan intensitas tanpa adanya serapan dengan yang ada serapannya. Larutan yang tidak menyerap sinar dinamakan larutan blangko yaitu larutan yang ditambahkan kompleks warna. Dengan blangko ini intensitas yang terukur adalah intensitas mula-mula dikurangi kehilangan intensitas karena pantulan hamburan. Apabila blangko digantikan dengan larutan yang akan diselidiki maka intensitas mula-mula adalah intensitas yang dikoreksi. Untuk mendapatkan hasil yang sempurna, sinar yang digunakan harus sinar monokromatis dan dipilih yang benar-benar diserap oleh larutan yang akan diselidiki. Panjang gelombang yang digunakan adalah pada serapan maksimum karena perubahan absorbansi terhadap perubahan konsentrasi pada kondisi ini lebih sensitif dan lebih cepat. Perubahan absorbansi pada konsentrasi yang berbeda-beda, jika mengikuti hukum beer akan terlihat pada grafik dengan garis lurus melalui titik pusat. Hubungan antara absorbansi dan konsentrasi larutan dilukiskan dalam persamaan sbb :

$$\text{Log } \frac{I_0}{I_t} = \epsilon b C$$

Dimana : I_0 = intensitas mula-mula

I_t = intensitas setelah melalui media

E = absorbansi molar

b = tebal media/larutan

C = konsentrasi larutan

Persamaan ini dikenal sebagai hukum Lambert – Beer atau sering disebut Beer sebagaimana telah diuraikan di atas.

C. Alat dan Bahan

Alat :

1. Spektrometri 20 + cuvet
2. Timbangan analitis
3. Labu takar
4. Tabung reaksi + rak
5. Buret dan perlengkapannya
6. Pipet ukur
7. Pro pipet

Bahan :

1. $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
2. HCl pekat
3. Larutan KCNS 1%
4. Larutan cuplikan Fe
5. Aquades

D. Cara Kerja

II. Analisa Kolorimetri

1. Membuat larutan standar : Ditimbang dengan teliti 8,125g FeCl_3 , masukan dalam labu ukur 1L. Tambahkan 10ml HCL pekat kemudian encerkan hingga volumenya tepat 1L.
2. 3 ml larutan standar yang telah dibuat (sudah disediakan) diambil dan diencerkan hingga volumenya tepat 100,0ml.
3. Ke dalam masing- masing tabung reaksi diisikan 1,2,3,4,5,6 ml larutan encer tadi. Tambahkan 3 ml larutan KCNS 1 % dan encerkan dengan aquades sampai volume 10 ml. kemudian kocok hingga tercampur homogen. Perhatikan warna dari deret larutan standar tadi.
4. 3 ml larutan cuplikan dipipetkan kedalam tabung lain. Tambahkan 3 ml larutan KCNS 1 % dan encerkan dengan aquades sampai volume 10 ml. larutkan dan dikocok hingga homogen.
5. Perkirakan konsentrasi larutan cuplikan dengan membandingkan warna larutan tersebut dengan larutan standar.

III. Analisa Spektrofotometri

1. Ukur serapan larutan yang anda buat dengan prosedur sama dengan analisa kolorimetri dengan menggunakan spektrofotometer (mintalah bantuan asisten untuk operasinya).
2. Buat kurva baku untuk hasil yang anda peroleh.
3. Tentukan kadar cuplikan.
4. Bandingkan hasilnya dengan analisa kolorimetri.

E. Diskusi dan pertanyaan

1. Ditinjau dari ketelitiannya, metode mana diantara ke 2 metode tersebut yang lebih teliti? Jelaskan alasannya.... !
2. Berapa konsentrasi cuplikan dengan metode Analisa Kolorimetri dan Analisa Spektrofotometri. Mana yang lebih mendekati secara teoritis ...?

DAFTAR PUSTAKA

- Atkins, P.W.1990.“Physical Chemistry”, edisi ke 4, Oxford University Press, Notherm Ireland, hal : 209-211.
- Abudarin. 2002. “Buku Ajar Kimia Analisis II. Palangkaraya : FKIP, Jurusan PMIPA, Program Studi Pendidikan Kimia Universitas Palangkaraya.
- Fessenden R.J., dan fessenden J.S., 1986, “Organic chemistry”, Jilid I, Jilid II Alih Bahasa: A.Hadyana Pudjaatmaka Ph.D., Jakarta, Penerbit Erlangga.
- Perry,R.H. Green, don.w. 1997, ‘Perrys’s Chemical Engginering’s Hand Book, Seventh Edition.
- Hardjono Sastrohamidjojo,1991,“ Kromatografi”, edisi kedua, Liberty Yogyakarta.
- Keenam, Kleinfelter, Wood, A. Hadyana Pujaatmaka (alih bahasa),1986, ”Kimia untuk Universitas ”, jilid I dan II, Jakarta, Erlangga.
- Perry,R.H. Green, don.w. 1997, ‘Perrys’s chemical Engginering s’ Hand Book , Seventh Edition.
- Riswitano.2009. “Kimia Organik”, Jakarta, Penerbit Erlangga
- Rubiyanto, D. 2017. “Metode Kromatografi: Prinsip Dasar, Praktikum dan Pendekatan Pembelajaran Kromatografi”, Sleman, Penerbit Deepublish.**
- Vogel, A., I., 1985, ” Buku Teks Analisis Anorganik Kuantitatif”, edisi kelima, Kalman Media Pustaka, Jakarta.
- Underwood, A. L, R. A. Day, JR. 1996. “Analisis Kimia Kuantitatif”, Edisi Kelima, Jakarta, Penerbit Erlangga.

CATATAN

CATATAN

